

# EUROPEAN PATENT OFFICE

## Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 08109517  
PUBLICATION DATE : 30-04-96

APPLICATION DATE : 04-10-94  
APPLICATION NUMBER : 06239865

APPLICANT : TORAY IND INC;

INVENTOR : FUKUHARA MOTOTADA;

INT.CL. : D01F 8/14 D02G 3/04

TITLE : PRODUCTION OF CRIMPABLE CONJUGATED POLYESTER FIBER

ABSTRACT : PURPOSE: To suppress the yarn breakage and stably produce bimetallic conjugated fibers capable of well manifesting crimps in producing the fibers according to a high-speed spinning method.

CONSTITUTION: Two kinds of polyesters A and B having 5.0-15.0mol% difference in copolymerization ratio between the components (A) and (B),  $\geq 0.6$  intrinsic viscosity and  $\leq 0.1$  difference in intrinsic viscosity are discharged from a side-by-side conjugated spinneret and the cooled spun yarns are passed through a heating zone during an interval to the take-off roller, thereby drawn and subsequently taken off at  $\geq 4000\text{m/min}$  with the take-off roller, in producing polyester fibers in which the polyesters A and B are compounded into a side-by-side state.

COPYRIGHT: (C)1996,JPO

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-109517

(43)公開日 平成8年(1996)4月30日

| (51)Int.Cl. <sup>9</sup> | 識別記号 | 庁内整理番号 | F I | 技術表示箇所 |
|--------------------------|------|--------|-----|--------|
| D 0 1 F 8/14             |      | B      |     |        |
| D 0 2 G 3/04             |      |        |     |        |

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 5 頁)

(21)出願番号 特願平6-239865

(22)出願日 平成6年(1994)10月4日

(71)出願人 000003159

東レ株式会社

東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号

(72)発明者 前田 裕平

静岡県三島市4845番地 東レ株式会社三島  
工場内

(72)発明者 福岡 満

静岡県三島市4845番地 東レ株式会社三島  
工場内

(72)発明者 福原 基忠

静岡県三島市4845番地 東レ株式会社三島  
工場内

(54)【発明の名称】 捲縮性複合ポリエステル繊維の製造方法

(57)【要約】

【構成】 A、B 2 種のポリエステルがサイドバイサイドに複合されたポリエステル繊維を製造するに際し、A、B 成分の共重合率の差が 5. 0 ~ 1 5. 0 (モル%)、固有粘度が 0. 6 以上で固有粘度の差が 0. 1 以下であるポリエステルのサイドバイサイド複合口金から吐出し冷却した紡糸糸条を引取りローラまでの間で加熱帯域を通過させることにより延伸したのち、引取りローラにより 4 0 0 0 m / 分以上で引取ることを特徴とする捲縮性複合ポリエステル繊維の製造方法。

【効果】 捲縮が良好に発現するバイメタル複合繊維を高速紡糸法により製造する際、糸切れを抑制し安定に製糸することを可能としたものである。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 2種のポリエステルA、Bがサイドバイサイドに複合されたポリエステル繊維を製造するに際し、A、B成分の共重合率の差が5.0～15.0（モル%）、固有粘度が0.6以上で、固有粘度の差が0.1以下である2種のポリエステルA、Bをサイドバイサイド複合口金から吐出した紡糸糸条を冷却してから引取りローラまでの間で加熱帯域を通過させることにより延伸したのち、引取りローラにより4000m/分以上で引取ることを特徴とする捲縮性複合ポリエステルの製造方法。

【請求項2】 A、B2種のポリエステルに平均粒子径が1.5μm以下の粒子が0.05体積%以上含有することを特徴とする請求項1記載の捲縮性複合ポリエステル繊維の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は捲縮性複合ポリエステルの製造方法に関するものであり、さらに詳しくは2種のポリエステルのサイドバイサイドに複合した捲縮性複合ポリエステル繊維を良好な製糸性のもとに低コストで製造する方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 近年、ポリエステルの製糸に際して、紡糸速度を4000m/分以上の高速で製造する高速紡糸法が開発されてきた。高速紡糸法は生産性を向上させ低コスト化が可能であり、また従来のポリエステル繊維とは繊維内部構造が異なるために、染色性が向上し、風合いがソフト化するなどの長所を持つ。

【0003】 一方、捲縮性複合ポリエステル繊維を高速紡糸により製造する方法として、2種のポリエステルのサイドバイサイドに複合紡糸する方法は公知である。その際、2種のポリエステルの組み合わせとして、共重合比率や熔融粘度に差のあるポリエステルを用いることが一般的に行われている。特開昭48-24026号公報、特開昭51-15020号公報では共重合比率に差を有するサイドバイサイド型ポリエステル複合繊維を高速紡糸する方法が提案されている。また、特開昭48-48718号公報では、熔融粘度に差を有するサイドバイサイド型ポリエステル複合繊維を、高速紡糸により製造する方法が提案されている。これらの方法により捲縮性複合繊維を製造すると、糸切れが頻発し安定製糸が困難となる問題がある。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、捲縮が良好に発現するバイメタル複合繊維を高速紡糸法により製造する際、糸切れを抑制し安定に製糸することを目的として鋭意検討を重ねた結果、得られたものである。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】 前記した本発明の目的

は、2種のポリエステルA、Bがサイドバイサイドに複合されたポリエステル繊維を製造するに際し、A、B成分の共重合率の差が5.0～15.0（モル%）、固有粘度が0.6以上で、固有粘度の差が0.1以下である2種のポリエステルA、Bをサイドバイサイド複合口金から吐出し、冷却した紡糸糸条を引取りローラまでの間で加熱帯域を通過させることにより延伸したのち、引取りローラにより4000m/分以上で引取ることを特徴とする捲縮性複合ポリエステルの製造方法により達成することができる。

【0006】 以下、本発明を詳細に説明する。本発明に用いるポリエステルA、Bは、各A、B成分の共重合率が5.0モル%以上、15.0モル%以下の差を有することが必要である。共重合率の差が5.0モル%未満の場合には、捲縮発現レベルが低下してしまい、逆に15.0モル%を越える場合には、耐熱性が低下し、高速紡糸の際に糸切れが頻発するようになる。好ましい共重合率の差は8.0モル%以上、13.0モル%以下である。

【0007】 本発明の共重合成分としては、芳香族ジカルボン酸類、脂肪族ジカルボン酸類、脂肪族ジオール類、脂環式ジオール類、芳香族ジオール類あるいはこれらにエチレンオキシドなどを付加したジオール類を用いることができ、具体的にはイソフタル酸、ナフタレン-2,6-ジカルボン酸、アジピン酸、セバシン酸、1,4-ブタンジオール、ジエチレングリコール、トリメチレングリコール、分子量600～6000程度のポリエチレングリコール、シクロヘキサジオール、ビスフェノールAのエチレンオキシド付加物、ビスフェノールスルホンのエチレンオキシド付加物などを好ましく用いることができる。本発明でいう共重合率は、複数の成分を共重合する場合には、合計の共重合率を用いる。

【0008】 次に、前記した本発明のポリエステルA、Bの固有粘度はいずれも0.6以上とすることが必要である。またA、B成分の固有粘度の差が0.1以下であることが必要である。各固有粘度が0.6を下回る場合、およびA、B成分の固有粘度の差が0.1を越える場合には、バイメタル複合紡糸に用いる紡糸口金面の汚れ発生が激しくなったり、口金から吐出される複合ポリマ流れが吐出直後に曲がりやすくなるため、いずれも製糸安定性に悪影響を及ぼす。固有粘度はオルソクロロフェノール25℃で測定する。固有粘度の上限は、高速紡糸でも良好な捲縮が発現するために、A、B成分のポリエステルも0.8以下であることが好ましく、0.7以下がより好ましい。

【0009】 本発明では、吐出した複合ポリマ流れを冷却してから、引取りローラまでの間で加熱帯域を通過させることにより延伸することが必要である。加熱帯域を通過させない場合には、糸切れが頻発し、4000m/分以上での安定製糸が困難となる。

【0010】糸条の冷却は、各A、B成分のガラス転移温度のうちの低い方の温度以下となるまで冷却する。冷却が不十分な場合には、加熱帯域内での延伸が安定して行うことが困難となり、得られる繊維の太さ斑、染色斑を引き起こす。通常この問題は、紡糸口金から加熱帯域入口までの間に冷却装置を設置し冷却距離を0.5m以上とすること、冷却風速を15m/分以上とすることなどにより回避できる。

【0011】加熱帯域では、各A、B成分のガラス転移温度のうちの高い方の温度以上まで、糸条を加熱する必要がある。この温度以下であると、加熱帯域内で延伸が起こらないため、冷却終了時点での糸速度が引取ローラ速度と同一の極めて高い速度となり、パイメタル複合ポリマの流れを安定して紡糸、冷却することが困難になってしまう。本発明では加熱帯域で糸条を延伸させるため冷却終了時点での糸速度は引取ローラ速度より十分低い速度となり、安定した紡糸、冷却が達成でき、糸切れ発生は大幅に低下する。糸切れが多発してしまう。

【0012】加熱帯域では、糸条を延伸すると同時に熱処理することが好ましい。熱処理することにより、得られる繊維の収縮特性を後加工工程で問題のない範囲に制御することができる。本発明で得られる繊維は沸騰水処理を施すと繊維自身の収縮と同時に捲縮を発現するが、繊維収縮率として35%以下、好ましくは25%以下となるように、また捲縮収縮率を好ましくは25%以上、より好ましくは30%以上となるよう加熱帯域内部の温度を制御することが重要である。このためには加熱帯域の内壁温度を、110~200℃とすることが好ましく、130~170℃とすることがより好ましい。加熱帯域の内壁温度は内壁の中の最高温度とし、加熱帯域の最下部の雰囲気温度で代用しても良い。加熱帯域で糸条を昇温させて所望の熱処理を行うためには最低限の処理長が必要であり、その長さは約1.0mが好適である。

【0013】この方法により得られる捲縮性複合ポリエステル繊維は、加熱帯域のない高速紡糸で得られる繊維に比較して、捲縮発現処理の際に高い収縮力を発現し、繊維物中の拘束力下での捲縮発現に有利となる。繊維特性として熱収縮応力値で比較すると、通常の高速紡糸繊維が0.1~0.15g/d、本発明の繊維は0.2~0.5g/dである。また捲縮発現後のストレッチバック性を示す捲縮伸張率の値も40%以上の高い値を示す。

【0014】次に、本発明では引取りローラにより4000m/分以上で引取ることが必要である。4000m/分に満たない場合には、高速紡糸の生産性向上のメリットを生かすことはできないばかりか、得られる繊維の破断伸度が高く、弾性率の低い加工工程で取扱いにくい繊維しか得られない。これは本発明の製造方法が紡糸糸条を冷却してから引取りローラまでの間で糸条を加熱帯

域中で延伸する方法を採っているためであり、引取り速度が低い場合には延伸応力が低くなり、ポリエステル分子鎖が十分に配向しきれないことに原因する。

【0015】本発明では、各A、B成分に平均粒子径が1.5μm以下の粒子を0.05体積%以上含有していることが好ましい。平均粒子径が1.5μmを越える場合には、糸切れが増加しやすい。粒子の添加量が0.05体積%に満たない場合には、得られた繊維を繊維物とし染色した際に、染色斑が発生しやすい。添加粒子としては、酸化チタン、酸化ケイ素、炭酸カルシウム、アルミナ、ケイ酸アルミニウムなどのケイ酸塩、架橋性高分子などを挙げることができる。酸化ケイ素粒子や炭酸カルシウム粒子を添加することにより、透明性の高い捲縮性ポリエステル複合繊維を得ることができ好ましく採用される。

【0016】本発明の繊維には機能性を付与するために制電剤、難燃剤、耐光剤、吸湿剤、発色剤などを必要に応じて含有することができる。

【0017】

【実施例】実施例中の各特性値は次の方法にしたがって求めた。

【0018】(A) 固有粘度

オルソクロロフェノール25℃で測定した。

【0019】(B) 捲縮伸張率、繊維収縮率、捲縮収縮率  
サンプルを周長約100cmのカセとし、0.2mg/dの荷重下で長さL0を測定する。次に、0.2mg/dの荷重下で、98℃沸騰水中で15分間処理、風乾したのち、サンプルに0.2mg/dの荷重下で長さL1を測定する。さらに、荷重を200mg/dとしてサンプル長L2を測定し、捲縮伸張率(%)、繊維収縮率(%)、捲縮収縮率(%)を以下の式により求める。

$$\text{捲縮伸張率} = (L2 - L1) / L1 \times 100$$

$$\text{繊維収縮率} = (L0 - L2) / L0 \times 100$$

$$\text{捲縮収縮率} = (L2 - L1) / L0 \times 100$$

(c) 製糸性

5kg巻きを連続して10サンプル巻き取ったときの糸切れ回数を製糸性の尺度とした。

【0020】(D) 破断伸度、弾性率

オリエンテック社製テンシロン引張試験機を用い、試長200mm、引張り速度200mm/分の測定条件でN=5で、破断伸度、初期弾性率を測定した。

【0021】(E) 染色斑

試料をヨコ糸として製織し、染料としてダイヤセリトンファーストルビー3Bを95℃、10■の沸騰水中に2g加え、試料織物を15分間浸漬し、攪拌しつつ染色した。水洗、乾燥後、染色斑を以下の基準により判定した。なお、濃染部は肉眼観察後、拡大鏡により濃染単糸の存在を確認したものとした。

0  
1 以上

○  
×

実施例 1~3、比較例 1、2

テレフタル酸／エチレングリコールおよびイソフタル酸／エチレングリコールスラリーを用いてエステル化反応を行った後、ビスフェノール A のエチレンオキシド付加物 (BPA-EO) のエチレングリコール溶液および平均粒子径 0.20 μm の凝集性酸化ケイ素粒子を 0.1 体積% 添加し、通常の方法により重合を行い、共重合ポリエステル全酸成分に対するイソフタル酸 (IPA) のモル分率と共重合ポリエステルの全グリコール成分に対するビスフェノール A のエチレンオキシド付加物のモル分率を変更し、固有粘度が 0.67 の A 成分のポリエステルチップを得た。

【0022】また、固有粘度が 0.65、平均粒径 0.47 μm の酸化チタン粒径を 0.15 体積% 添加したポリエチレンテレフタレート (PET) を B 成分ポリエステルとして使用した。

【0023】紡糸温度を 290℃ とし、紡糸吐出孔上流側で A、B 各成分が面対称に合流する吐出孔を 36 ホール有する複合紡糸口金より、1:1 の吐出量比率で A、B 成分のサイドバイサイド複合流を吐出した。口金下 20 cm の保温域を通過後、風速 20 m/分、風温 25℃、長さ 0.6 m のユニフローチューブで冷却後、口金から 1.5 m の距離に入口のある長さ 1.5 m、内径 35 mm、内壁温度 140℃ の加熱筒により延伸熱処理を行ない、油剤、交絡を順次付与して、周速 5200 m/分の第 1、第 2 引取ロールを経て、張力 0.25 g/d で、50 デニール 36 フィラメントの捲縮性複合ポリエステル繊維を巻取った。

【0024】得られた繊維の捲縮伸張率、製糸性を表 1 に示す。

【0025】

【表 1】

| NO    | BPA-EO<br>共重合率<br>(モル%) | IPA<br>共重合率<br>(モル%) | B 成分との<br>共重合率差<br>(モル%) | 捲縮伸張率<br>(%) | 製糸性 |
|-------|-------------------------|----------------------|--------------------------|--------------|-----|
| 実施例 1 | 7                       | 4                    | 11                       | 95           | 0   |
| 実施例 2 | 10                      | 4                    | 14                       | 103          | 1   |
| 実施例 3 | 5                       | 2                    | 7                        | 60           | 0   |
| 比較例 1 | 10                      | 6                    | 16                       | 90           | 4   |
| 比較例 2 | 0                       | 4                    | 4                        | 30           | 0   |

比較例 3~5

A、B 各成分の固有粘度を変更した以外は実施例 1 と同様にして、50 デニール 36 フィラメントの捲縮性複合ポリエステル繊維を巻取った。

【0026】得られた繊維の製糸性を表 2 に示す。

【0027】

【表 2】

| NO    | A 成分の<br>固有粘度 | B 成分の<br>固有粘度 | 固有粘度差 | 製糸性 |
|-------|---------------|---------------|-------|-----|
| 実施例 1 | 0.67          | 0.65          | 0.02  | 0   |
| 比較例 3 | 0.57          | 0.65          | 0.08  | 5   |
| 比較例 4 | 0.67          | 0.58          | 0.09  | 5   |
| 比較例 5 | 0.67          | 0.85          | 0.18  | 8   |

実施例 4、5、比較例 6

引取速度を変更した以外は実施例 1 と同様にして、50 デニール 36 フィラメントの捲縮性複合ポリエステル繊維を巻取った。

【0028】得られた繊維の破断伸度、弾性率を表 3 に

示す。

【0029】

【表 3】

| NO    | 引取速度<br>(m/分) | 破断伸度<br>(%) | 弾性率<br>(g/d) |
|-------|---------------|-------------|--------------|
| 実施例 1 | 5200          | 38          | 82           |
| 実施例 4 | 6000          | 31          | 88           |
| 実施例 5 | 4500          | 40          | 80           |
| 比較例 6 | 3500          | 63          | 60           |

実施例 6、7、比較例 7

加熱帯域の内壁温度を変更した以外は実施例 1 と同様にして、50 デニール 36 フィラメントの捲縮性複合ポリエステル繊維を巻取った。

【0030】得られた繊維の、捲縮伸張率、繊維収縮率、捲縮収縮率、製糸性を表 4 に示す。

【0031】

【表 4】

| NO    | 加熱帯域温度<br>(℃) | 捲縮伸張率<br>(%) | 繊維収縮率<br>(%) | 捲縮収縮率<br>(%) | 製糸性 |
|-------|---------------|--------------|--------------|--------------|-----|
| 実施例 1 | 140           | 95           | 25           | 37           | 0   |
| 実施例 6 | 120           | 82           | 34           | 30           | 0   |
| 実施例 7 | 190           | 54           | 18           | 29           | 0   |
| 比較例 7 | 25            | 66           | 17           | 33           | 3   |

実施例 8、9 比較例 8、9

A 成分の添加粒子の平均粒子径、添加量を変更した以外は実施例 1 と同様にして、50 デニール 36 フィラメントの捲縮性複合ポリエステル繊維を巻取った。

【0032】得られた繊維の製糸性、染色性を表 5 に示す。

【0033】

【表 5】

| NO    | 粒 子 種    | 平均粒子径<br>( $\mu\text{m}$ ) | 添加量<br>(体積%) | 製糸性 | 染色性 |
|-------|----------|----------------------------|--------------|-----|-----|
| 実施例 1 | 凝集性酸化ケイ素 | 0.20                       | 0.1          | 0   | ○   |
| 実施例 8 | 単分散酸化ケイ素 | 1.20                       | 0.1          | 0   | ○   |
| 比較例 8 | 単分散酸化ケイ素 | 1.60                       | 0.1          | 3   | ○   |
| 実施例 9 | 凝集性酸化ケイ素 | 0.20                       | 0.06         | 0   | ○   |
| 比較例 9 | 凝集性酸化ケイ素 | 0.20                       | 0.04         | 0   | ×   |

【0034】

【発明の効果】本発明は、捲縮が良好に発現するパイメ

タル複合繊維を高速紡糸法により製造する際、糸切れを抑制し安定に製糸することを可能としたものである。